拡散サンプラーDSD-OZONE

取扱説明書

Diffusive Sampling Device for Ozone

（Version 2.0）

SIGMA-ALDRICH®

使用時の注意事項

注意

- 空気捕集以外の目的に使用しないで下さい。
- 拡散サンプラーDSD-OZONE は小児が触れることが出来ない場所に設置して下さい。

危険

食べたり飲んだりすることはできません。誤って DSD-OZONE サンプラーに充填されている充填剤に触れた場合は，速やかに石鹸と水で洗い流してください。また，充填物がこぼれてしまった場合は，ゴム手袋を着用し，掃き集め，袋に入れて破棄してください。万が一飲み込んでしまった場合は，水で口をすすぎ，速やかに医師の診察を受けてください。

※ 取扱説明書は更新される時があります。最新の取扱説明書は下記のホームページよりダウンロードして下さい。

※ URL: http://www.sigma-aldrich.com/japan

※注意事項

- 本製品は，予告なくその仕様及び価格を変更することがあります。
- 記載の内容は弊社等での実験結果にもとづくものであります。ご使用の際にはあらかじめ十分にご検討の上ご使用下さい。
- 本製品に不都合がありました場合，弊社へご連絡下さい。不良品等に付きましては交換させて頂きます。但し，データや測定費用等の保証に付きましては責任を負いかねます。

目次

１．拡散サンプラーDSD-OZONE の概要……4

２．サンプリング方法 ……5

３．分析方法
　３.１．誘導体化試薬の調整 …… 6
　３.２．標準溶液の調整と検量線の作成 …… 6
　３.３．DSD-OZNE の分析 …… 6

４．オゾン濃度の計算 …… 7

５．備品・試薬 …… 8

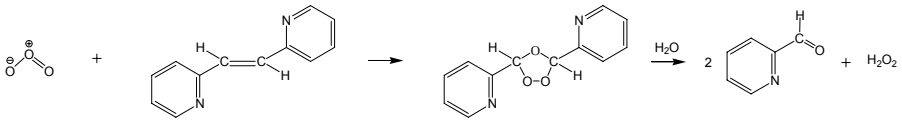
１．拡散サンプラーDSD-OZONE の概要

スペルコの拡散サンプラーDSD-OZONE をご購入いただき誠に有り難うございます。このサンプラーは，拡散フィルター（小さな空隙を有する多孔性ポリマーフィルター）を用いたオゾン捕集用拡散サンプラー(Diffusive Sampler)です。ポンプなどの動力を必要とせず，誰にでも簡単にサンプリングが可能です。また，ポンプを接続すればアクティブサンプラーとしても使用できます。

測定原理

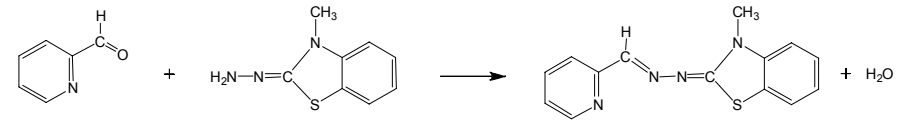
拡散フィルター部から分子拡散により入り込むオゾンは，シリカゲルに含浸した *trans*-1,2-ビス(2-ピリジル)エチレン（BPE）と反応してピリジン-2-アルデヒドを生成します。このピリジン-2-アルデヒドを 3-メチル-2-ベンゾチアゾリノンヒドラゾン（MBTH）で誘導体化し，分光光度法で定量します。

オゾンと BPE の反応（サンプリング）



ozone　　*trans*-1,2-bis(2-pyridyl)ethylene (BPE)　　ozonide　　pyridine-2-aldehyde (PA)

3-メチル-2-ベンゾチアゾリノンヒドラゾン（MBTH）とピリジン-2-アルデヒドの反応（誘導体化）

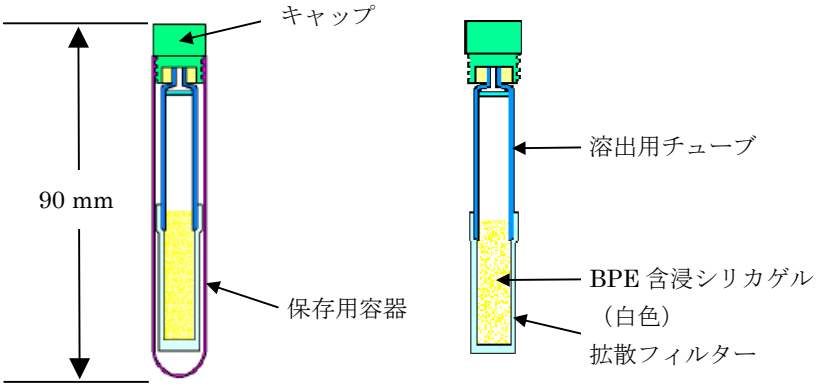


pyridine-2-aldehyde　3-methyl-2-benzothiazolinone hydrazone (MBTH)　　pyridine-2-aldehyde hydrazone derivative

仕　様

吸着剤：1.0%(w/w) BPE 含浸シリカゲル 250 mg
粒子径：60/80 mesh，球形シリカゲル
保存方法：遮光，室温保存

製品構成と名称



２．サンプリング方法

(1) DSD-OZONE サンプラーのアルミ製保存袋の上端部をハサミでカットします。
(2) DSD-OZONE サンプラーを，アルミ製保存袋より取出します。
(3) DSD-OZONE サンプラーを測定場所に設置します。
天井から吊るす場合：カラーコード（CAT.NO.000J004）などを用い, DSD-OZONE サンプラーのキャップにたこ糸などの紐を取付け，画鋲等を用い天井から吊るします。
(4) 拡散フィルター部を下に向け，BPE 含浸シリカが拡散フィルター内に移行している事を確認して下さい。測定開始時に DSD-OZONE サンプラーから保存用容器を外して下さい。この時をサンプリング開始時刻として記録します。
(5) 所定時間サンプラーを放置します。
(6) 測定終了時に DSD-OZONE サンプラーを保存容器に入れます。この時のサンプリング終了時刻を記録して下さい。直ちに分析しない場合は，アルミ製保存袋に入れ密閉保存して下さい。

３．分析方法

３．１．誘導体化試薬の調整

10 g/L の MBTH 溶液（検量線作成用）

1 g の 3-メチル-2-ベンゾチアゾリノンヒドラゾン(MBTH)塩酸塩水和物:(97%，シグマアルドリッチ CAT.NO.129739)に純水 50 mL，アセトニトリル 50 mL，リン酸 0.4 mL を加える。

5 g/L の MBTH 溶液（サンプラー抽出用）

0.5 g の 3-メチル-2-ベンゾチアゾリノンヒドラゾン(MBTH)塩酸塩水和物:(97%，シグマアルドリッチ CAT.NO.129739)に純水 50 mL，アセトニトリル 50 mL，リン酸 0.2 mL を加える。

３．２．標準溶液の調整と検量線の作成

ピリジン-2-アルデヒド（99 %，シグマ アルドリッチ CAT.NO. P62003）1.082g を秤量し, 純水で 100 mL に定容して標準原液（100 mmol/L）とします。次に，この溶液を純水で 100 倍希釈し 1 mmol/L の標準溶液を調整します。この溶液を 0～0.6 mL の範囲で段階的に分取し，10 g/L の MBTH 溶液を 5 mL 加えた後，純水で 10 mL に定容します。20 分間放置後, 分光光度計で波長 435 nm における吸光度を測定し，ピリジン-2-アルデヒドの検量線を作成します。

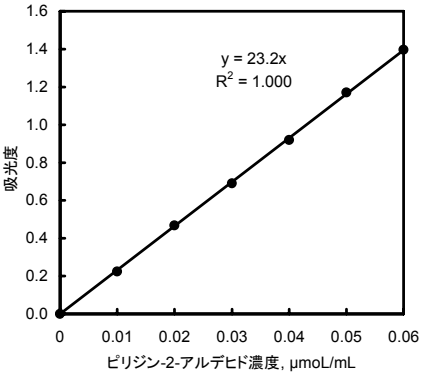


図 1. ピリジン-2-アルデヒドの検量線

３．３．DSD-OZONE の分析

捕集を終えた DSD-OZONE サンプラーをアルミ製保存袋から取出し，約 30 秒間上下に振ります。その後，拡散フィルター部を上側にして，保存容器を取り外します。DSD-OZONE サンプラーのキャップ側を実験台等の上でタッピングして BPE-シリカゲルを完全に溶出用チューブ側へと移動させてから，拡散フィルターを取り外します。5 g/L の MBTH 溶液を入れた 10 mL の注射筒をアダプター（CAT.NO.28224-U）を用いて DSD-OZONE サンプラーの溶出用チューブに接続し，約 2 mL/min の流速で試験管に溶出し，5 mL に定容します。よく攪拌してから 20 分間放置し，分光光度計を用いて 435 nm の波長で吸光度を測定します。

４．オゾン濃度の計算

捕集速度 SR（mL/min）は，同じ拡散フィルターを使用している DSD-DNPH（アルデヒド類捕集用）のホルムアルデヒド捕集速度 71.9 mL/min（25℃，1 気圧）を基にグレアムの法則から算出できます[1)]。

$$SR = 71.9 \times \sqrt{\frac{M_f}{M_o}} = 56.9$$

M_f: ホルムアルデヒドの分子量，M_o: オゾンの分子量

サンプリングを終了した DSD-OZONE サンプラーの抽出試料溶液中ピリジン-2-アルデヒド濃度 C_s（mmol/L）を検量線から求めます。また，同時に未使用の DSD-OZONE サンプラー抽出液中の濃度 C_b（mmol/L）をブランクとして求めます。DSD-OZONE サンプラーにより捕集されたピリジン-2-アルデヒドの濃度 C（mmol/L）は

$$C = C_s - C_b$$

オゾンと 2BPE の反応効率は 0.84 であり[2)]，また，オゾン 1 分子からピリジン-2-アルデヒドを 2 分子生成するので，オゾン量 W(μg)は

$$W = \frac{C \times V \times M}{2 \times 0.84}$$

C：ピリジン-2-アルデヒド濃度（mmol/L）
V：抽出容量（mL）
M：オゾンの分子量（g/mol）

捕集量 W(μg)から，オゾン濃度 C_o（μg/m^3）は次の方法から求めることができます。（25 ℃）

$$C_o = \frac{W}{t \times 60 \times 56.9 \times 10^{-6}} \times \left(\frac{273.2 + 25}{273.2 + T} \right)$$

t：サンプリング時間(h)
T：測定平均温度（℃）
DSD-OZONE サンプラーのサンプリング速度：56.9（mL/min）

1) Uchiyama, S. et al. *Atmos. Environ.* **2004**, *38*, 6319-6326.
2) Uchiyama, S. et al. *Anal. Chem.* **2009**, *81*, 6552-6557.

５．備品・試薬

品名	CAT.NO.
DSD-OZONE サンプラー, 10 本入り	28369-U
97%ピリジン-2-アルデヒド	P62003
3-メチル-2-ベンゾチアゾリノンヒドラゾン塩酸塩水和物 (MBTH 塩酸塩)	129739
携帯用ホルダー, 10 本入り	28222-U
Lapel クリップ, 6 個入り	21019-U
フィーメイルアダプター(5/32″ チューブ用) 20 個入り	28224-U
溶媒用リザーバー 6mL, 30 本入り	57242
DSD-DNPH 用カラーコード,100 個入り	000J004
DL 型バキュームマニホールド 12 検体用	57044
Visi-1 シングル SPE チューブプロセッサー	57080-U
Ascentis Express C18 4.6×150mm, 2.7µm	53829-U

SIGMA-ALDRICH®

シグマ アルドリッチ ジャパン株式会社
アナリティカル事業部
〒140-0002　東京都品川区東品川 2-2-24
天王洲セントラルタワー4F

■製品に関するお問い合わせは，弊社テクニカルサポートへ
TEL:03-5796-7350　　FAX:03-5796-7355
E-mail:sialjpsp@sial.com
■在庫照会・ご注文に関するお問い合わせは，弊社カスタマーサービスへ
TEL:03-5821-3051　　FAX:03-5821-3160
■大阪営業所
〒532-0004　大阪市淀川区西宮原 2-7-38　新大阪西浦ビル
TEL:06-6397-5963　　FAX:06-6397-4649
URL:http//www.sigma-aldrich.com/japan